

ファージが泡沫化するかしらないか評価するための実験系を作製した。具体的には、次の1)~4)の生物分析化学的な手法を組み合わせ、泡沫化の評価法を開発した：1) 超遠心分離法によるリポタンパクの調製と物性分析、2) マクロファージ初代培養を用いた細胞調製、3) 蛍光分析とイメージングによるコレステロールエステル蓄積の分析、4) binding assay によるリガンド-受容体相互作用の解析。本実験系を用いることによって、あらゆるリポタンパクについてその泡沫化能の評価が可能であった。具体例として、アポタンパク E 遺伝子破壊マウスの超低比重リポタンパク (VLDL) と中間比重リポタンパク (IDL) の泡沫化能に注目した。結果、apoEko-VLDL/IDL は今までに知られていない経路で細胞内に取り込まれ、泡沫化を引き起こすことを明らかとした。マウスで見つかったこの経路は、ヒトでもその存在が示唆され、現在さらに多くの研究へと展開されている。

さらに、動脈硬化には、転写因子を介してコレステロール代謝と脂肪酸代謝の調節にかかわるコレステロールの酸化誘導体(酸化ステロール)の役割も重要である。酸化ステロールは数十種の分子が知られており、分子ごとに異なる生物活性を有しているが、生体内の微量の酸化ステロール分子の生理機能を明らかにするには、超高感度な分離定量法の開発が必要と考え、電気化学検出 HPLC を用いた酸化ステロール類の高精度分析法も開発した。

以上のように、袴田秀樹氏は、薬学医学領域に非常に求められている知見を的確に引き出す力量をもつ分析化学研究者として、ますます今後の活躍が期待できる。

[東京薬科大学薬学部 楠 文代]

第 184 回液体クロマトグラフィー研究懇談会

標記研究懇談会の例会が、「LC-MS：ノウハウと新技術」を講演主題として、4月26日(火)に東京理科大学薬学部14号館において開催された。本例会は、様々な分野で活躍される LC-MS ユーザー・メーカーに、そのノウハウや最新技術を紹介いただき、有益な技術・情報を共有化することを目的として企画された。参加者は72名であり、盛会であった。

オーガナイザー(報告者)からの主題概説に引き続き、山田尚之氏(味の素)より「プロテオーム解析用 LC-MS 構築のための要点」と題して、プロテオーム研究の立場から LC-MS のポイントや課題・要点について解説があった。二次元電気泳動による古典的プロファイリング解析においては、高感度、スループット、堅牢性が LC-MS に求められるが、安定同位体を用いた包括的相対定量的プロテオームでは、高感度よりむしろ高分離能が要求されるとのこと。演者は、さらに、最新のトップダウンプロテオミクスにおける LC の役割にも言及し、示唆に富んだ講演であった。木下幸之助氏(グラクソ・スミスクライン)は「薬物動態・探索における LC-MS 前処理」と題して、医薬品開発でたびたび直面する問題、前処理(徐タンパク、固相抽出、液液抽出、直接注入法)、分析カラムと移動相、キャリアオーバー、容器などについて、分かりやすい事例とともに解説された。参加者に極めて有用な情報であったに違

いない。清水幸樹氏(三協化学)の「イオンクロマトグラフ(IC)とMSの複合化—接続のポイントと測定例—」は、陽イオン・陰イオンの分離分析手段であるイオンクロマトグラフィーと高性能の高いMSを組み合わせたユニークな研究であった。この方法によれば、前処理・後処理をほとんど行わずにイオンの定性・定量が可能となる。水道水や河川水の臭素酸の詳細な分析例が紹介されたが、今後の発展が期待される分野である。古野正浩氏(ジーエルサイエンス)からは「LC/(LC)/MSのためのモノリスカラム/モノリス合成技術を用いたインターフェイスの開発と応用」として、モノリスの特徴を活かしたキャピラリーカラムやESI用スプレアの開発とその特徴・可能性が紹介された。当懇談会でも関連技術は何度か紹介されているが、そのたびに性能向上・多様化し続けている技術分野である。

後半では、最先端の LC-MS 装置の紹介が行われた。定性用 LC-MS では、猪鼻祐氏(島津製作所)が「QIT と TOF の結合—高精度 LCMS-IT-TOF について」、松下美由紀氏(日立ハイテクノロジー)が「超低流量(50 nL/min) LC/MS システムのタンパク質解析への応用」と題し、それぞれの最新装置が紹介された。前者は、高ブリカーサー分解能を有するイオントラップ型 MS と、高質量精度と高分解能を特徴とする TOF 型 MS を組み合わせた高精度・高分解能 LC-MS であり、その特徴が新規開発技術やアプリケーションにより紹介された。後者は、リニアトラップ型 MS と TOF 型 MS を組み合わせたものであるが、10方バルブによる逐次溶離液切替システムによる再現性の高いナノ LC グラジエント送液にも特徴がある。定量に関しては、大関由利子氏(アプライドバイオシステムジャパン)から、「ハイスピードで高感度な HPLC-MS/MS 分析」というタイトルで、ダブルヒーティングとデータポイント細分化により、高流速(2 mL/min)でも定量可能な LC-MS システムの紹介があった。

最後に、本研究懇談会の中村 洋委員長(東理大薬)から「総括：LC-MS に求められるもの」と題する講演があった。LC の長所・短所、MS の長所・短所を簡潔にまとめていただき、それぞれへの期待が述べられた。特に MS の高分解能・高感度化にむけた課題に関するディスカッションで会場は盛り上がった。講演会終了後、講師を囲んだ懇親会は、多くの方々に参加をいただき、本会は盛況のうちに終了した。

なお、当日は、関東化学(株)、シグマアルドリッチジャパン(株)、(株)日立ハイテクノロジー、横河アナリティカルシステムズ(五十音順)にカタログ展示でご協力をいただいた。記して感謝いたします。

[味の素(株)ライフサイエンス研究所 宮野 博]

第 327 回高分子分析研究懇談会

2005 年度総会と標記例会が5月12日(木)、簡易保険会館「ゆうぼうと」で開催され、60名以上の参加者があった。

総会では、後藤幸孝委員長(ダイヤ分析センター)から2005年度活動計画、高分子分析ハンドブック改訂版(2006年発行)の編集状況、第10回高分子分析討論会(11月27・28

日、工学院大学)で第9回までの講演要旨集をCD-ROM化して討論会参加者に配布することなどが報告・提案され、承認された。

例会では、講演2題とワークショップ2題、計4件の発表と活発な質疑応答が行われた。

講演の1件目は、昨年11月の第9回高分子分析討論会で参加者の注目を集めた、小池 亮氏(花王)の「コロイドプローブ原子間力顕微鏡による表面力測定」と題した講演であった。はじめに、表面力の概説、従来の測定法と問題点について説明があった。次に、AFM探針部に真球粒子を取り付け、真球粒子と基板表面の相互作用を測定するコロイドプローブ原子間力顕微鏡による界面活性剤の荷電状態と吸着状態の解析、セメントの高分子分散剤の分子構造と作用機構解析への応用例が紹介された。この方法は、簡便かつ迅速に表面力を測定することができ、界面で生じる複雑な現象の解明が期待される。

ワークショップ1件目は、高橋則子氏(東洋紡)の「IR分析法によるフィルム薄コート層の分析」の発表であった。ポリエステルフィルムの易接着性や帯電防止のためのコート層について、ATR法による差スペクトル、物理的に剥ぎ取って顕微IR測定する方法を駆使することによって約10nmのコート層まで検出した例が紹介された。

ワークショップ2件目は、長田文美氏(東芝ナノアナリシス)の「オンライン濃縮HPLCによるビスフェノールAの簡易分析」であった。インジェクターのループ部に濃縮カラムを接続し、通常のサンプル注入操作で1000倍濃縮を可能にした。また、蛍光検出器の検出波長に長波長光を用いることによって、選択性を向上させた。この方法を、プラスチックからの溶出試験液の分析に適用し、0.3pptのビスフェノールAを検出することができた。

最後の講演は、高野敦志氏(名古屋大学)による「環状高分子およびブロック共重合体のHPLCによる精密分析」であった。環状高分子は末端を持たない特殊な高分子であり、高分子物性についての有用なモデル高分子として考えられるが、その純度測定は行われていない。相互作用クロマトグラフィーで溶媒組成、温度など適切な条件を選択すると分子量で分離しない臨界吸着条件があり、臨界吸着条件を利用したliquid chromatography at the chromatographic critical condition (LCCC)によって、ブロック・グラフト共重合体、末端構造の異なる高分子の分離などに利用されている。LCCC適用例として、環状ポリスチレン、ポリスチレン-ポリ(2-ビニルピリジン)ブロック共重合体のキャラクタリゼーション例が紹介された。後者の臨界吸着条件の探索には3年かかったなど、条件検討が容易ではないことが印象的であった。高分子合成技術の進歩に伴い、星型ポリマー、環状ポリマーが絡み合ったカテナンなど様々なポリマーが合成されており、HPLCによる厳密かつ迅速なキャラクタリゼーションが期待される。

例会終了後には寺町信哉氏(工学院大学)の乾杯で懇親会が始まり、講師を囲んで例会で時間の足りなかった議論の続きをしたり、会員相互の情報交換を行ったり、和やかな雰囲気でお話の深めることができた。

〔豊田合成株式会社 渡辺健市〕

JIS K 0211「分析化学用語(基礎部門)」の改正版の発行

財団法人規格協会の平成14年度委託事業として日本分析化学会が改正原案作成に取り組んだJIS K 0211「分析化学用語(基礎部門)」の改正版が本年5月20日に発行された。この規格は1983年に制定された後、1987年に改正された。その後、1997年に確認が行われたが、委員会の設置による改正原案作成がなかったものである。この間、国内的にも国際的にも分析化学用語をめぐる環境の変化は大きいものがあった。特に国際標準であるISOとの整合化は必須のこととして、JISの変身とも言うべき事態も生じた。SI単位の適用の徹底化、ISO 9000や14000の認証、トレーサビリティ体系の構築、等々国内の対応は枚挙にいとまがない。

そこで、当学会内に3名の先生方を中心とした準備委員会を設け、改正の骨子を1年間かけて検討した後、改正原案作成委員会において、本格的に1年間、延べ16回にわたる審議を行った。特に、1年先行して、関連のある規格であるJIS K 0215「分析化学用語(分析機器部門)」の改正作業が日本分析機器工業会内で行われたため、本委員会では、JIS K 0215原案作成委員会からの協力をいただける態勢を作った。

検討にあたっては、従来、用語を8分野に分けていたが、9番目として「新分野」と仮題をして、九つのグループに分け、ワーキンググループを設けて作業を進めた。グループ間での用語の出入りを含めて、取捨選択、定義に関する議論を経て、最終的には用語の分類を、1)一般共通、2)サンプリング、3)分析方法(試料量、用途、原理、滴定)、4)現象・特性(反応、現象、特性)、5)試薬(標準物質、指示薬、一般試薬)、6)装置・器具、7)操作、8)測定信頼性、9)バイオテクノロジー及びその他に分けた。なお、括弧内はそれぞれを更に細分化した内容である。

審議中に問題となった事項とその処理は、以下のようである。

- a) この規格と他の分析化学用語規格との区分領域：基礎用語であれば重複はやむを得ないとした。
- b) 改正JIS K 0215「分析化学用語(分析機器部門)」との整合：整合を図った。
- c) SI単位の尊重：ISOの翻訳規格JIS Z 8202-0に対する整合を図った。
- d) 計量法の尊重：改正計量法を反映させた。
- e) ミクロスケール分析法の用語の採択：採択することを検討したが、数も多くはなく、機が熟したとは言えないと判断された。

見直しは、多くの規格、参考文献を参照し、多角的な議論を基に行われた。以下に、1)~9)の分野ごとに主な改正点を列挙する。

1) 一般共通：“加成性”，“分析種”，“含有率”など使われながら定義されてこなかったもの，“毒性等(当)量”，“サロゲート”，“マトリックス”，“MSDS”など、最近出現したものなど30語を追加，“温度補正”，“測定方法”，“確認”など8語を旧規格から削除した。